



## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets <sup>7</sup> : <b>C08B 30/20, A21D 13/06, A23L 1/10, C09D 103/12, C09J 103/12</b>		<b>A1</b>	(11) Numéro de publication internationale: <b>WO 00/58366</b>
			(43) Date de publication internationale: 5 octobre 2000 (05.10.00)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR00/00808		(81) Etats désignés: AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).	
(22) Date de dépôt international: 30 mars 2000 (30.03.00)		<b>Publiée</b> <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>	
(30) Données relatives à la priorité: 99/04120 30 mars 1999 (30.03.99) FR			
(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): ULICE S.A. [FR/FR]; ZAC Les Portes de Riom, Rue Georges Gershwim, F-63200 Riom (FR).			
(72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): MESSAGER, Arnaud [FR/FR]; 9, rue Soubrany, F-63200 Riom (FR). DESPRE, Denis [FR/FR]; 22, rue Marivaux, F-63200 Riom (FR).			
(74) Mandataires: BREESE, Pierre etc.; Breese-Majerowicz, 3, avenue de l'Opéra, F-75001 Paris (FR).			
(54) Title: FLOURS AND STARCH WITH A VERY HIGH AMYLOPECTIN CONTENT, METHODS FOR THE PRODUCTION AND USES THEREOF			
(54) Titre: FARINES ET AMIDONS A TRES HAUTE TENEUR EN AMYLOPECTINE, LEURS PROCEDES DE PREPARATION ET LEURS APPLICATIONS			
(57) Abstract			
<p>The present invention relates to full waxy wheat products, especially full waxy wheat flours that are thermally treated or not, full waxy wheat starch, in addition to methods for the production thereof. The invention also relates to the uses of said products, especially in the production of food products or non-food products.</p>			
(57) Abrégé			
<p>La présente invention concerne des produits issus de blé full waxy, notamment des farines de blé full waxy traitées ou non thermiquement, des amidons de blé full waxy, ainsi que leurs procédés de préparation. L'invention concerne aussi les utilisations de ces produits, notamment pour la fabrication de produits alimentaires et non alimentaires.</p>			

# **UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce			TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	ML	Mali	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MN	Mongolie	UA	Ukraine
BR	Brésil	IL	Israël	MR	Mauritanie	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MW	Malawi	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	MX	Mexique	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NE	Niger	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NL	Pays-Bas	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NO	Norvège	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	NZ	Nouvelle-Zélande		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PL	Pologne		
CN	Chine	KZ	Kazakstan	PT	Portugal		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RO	Roumanie		
CZ	République tchèque	LJ	Liechtenstein	RU	Fédération de Russie		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SD	Soudan		
DK	Danemark	LR	Libéria	SE	Suède		
EE	Estonie			SG	Singapour		

FARINES ET AMIDONS A TRES HAUTE TENEUR EN  
AMYLOPECTINE, LEURS PROCEDES DE PREPARATION ET LEURS  
APPLICATIONS.

5 L'invention se rapporte au domaine  
agroalimentaire et concerne des produits issus du blé full  
waxy, notamment des amidons de blé full waxy, des farines  
de blé full waxy, des amidons ou des farines de blé full  
waxy ayant subi un traitement hydrothermique (amidons ou  
10 farines BFW-HT) ou les produits contenant ou préparés à  
partir de telles farines ou de tels amidons.

L'invention a également pour objet un procédé  
d'obtention de ces produits, notamment de ces amidons ou de  
ces farines BFW-HT, et leurs utilisations en amidonnerie,  
15 pour la fabrication de produits alimentaires, ou de  
produits non alimentaires.

Le blé est la plus cultivée des céréales et  
constitue un des aliments de base de la population  
20 mondiale. En effet, il sert à produire de la farine de blé  
qui entre dans la composition du pain, des pâtes, des  
céréales et nombre d'autres produits alimentaires destinés  
à l'homme ou aux animaux. Il est connu que le blé, comme  
toutes les céréales, est riche en amidon, et que  
25 l'altération de l'amidon, en quantité ou en qualité,  
affecte les qualités des farines issues de ce blé.

Les farines recherchées sont celles constituées  
d'amidon dont les propriétés physiques sont telles que les  
produits contenant de telles farines ne rétrogradent pas,  
30 ni ne rassissent.

L'amidon se présente sous forme de grains ou granules insolubles, simples ou composés, de forme sphérique, lenticulaire ou anguleuse, et de taille variable selon les espèces. La composition d'un granule d'amidon est complexe et varie avec les espèces. Tout d'abord, il comprend de 15 à 20% d'eau, mais aussi des acides gras (1% chez le blé), des phosphates de calcium (céréales) et de potassium (pomme de terre) faisant partie d'un résidu minéral qui peut représenter 0,4% du poids frais (amidon de blé), enfin des protéines dont la plupart sont enzymatiques.

A l'état natif, l'amidon est totalement insoluble. Les grains d'amidon insolubles dans l'eau froide donnent, lorsqu'ils sont traités par l'eau chaude (de 60 à 80°C), un empois, liquide visqueux qui durcit en séchant. Ils renferment donc de l'amylopectine, substance mucilagineuse à laquelle est due la viscosité de l'empois, et de l'amylose, qui précipite après refroidissement sous forme d'une poudre blanche.

Ce traitement hydrothermique conduit donc à un gonflement irréversible des granules et à leur solubilisation. Il est nécessaire pour que les propriétés, notamment de viscoélasticité, de polymérisation et de rétrogradation, puissent se révéler.

En effet, le traitement hydrothermique provoque une modification irréversible de la structure semi-cristalline de l'amidon natif, qui passe d'un état ordonné à un état désordonné, c'est la gélatinisation. Le gel ainsi formé n'est pas stable et après quelques jours, l'amidon se réorganise vers une structure plus ordonnée, ce phénomène

étant connu sous le nom de rétrogradation. Le rassissement des produits de boulangerie et la viscosité excessive des sauces et autres produits du même type sont liés à cette rétrogradation ainsi qu'un autre phénomène, la synérèse (exsudation d'eau), responsable de la séparation des phases et de la décomposition de la texture des produits.

Dans le cadre de la cuisine traditionnelle, ces problèmes ne se posent pas quand les aliments sont destinés à être consommés rapidement. On peut alors utiliser des farines de blé ou de maïs non modifiés afin d'épaissir une sauce, une soupe, etc. Mais dès l'instant où l'on souhaite conserver ces aliments, par le froid notamment, les problèmes liés à la rétrogradation surviennent. On peut récupérer quelque peu la texture des aliments, mais le résultat n'est jamais satisfaisant.

Dans le monde de l'industrie agroalimentaire ces problèmes se rencontrent à plus grande échelle. En effet, les aliments ne sont pas destinés à une consommation immédiate, mais on attend d'eux qu'ils soient les mieux conservés possible, le plus longtemps possible.

Ces problèmes limitent l'utilisation d'amidons riches en amylose, et sont une des raisons pour lesquelles des amidons waxy sont recherchés.

On connaît aujourd'hui, chez certaines espèces, et notamment chez le maïs, des amidons composés exclusivement d'amylopectine issus de mutants waxy. Ces mutants sont très recherchés puisqu'ils présentent une tendance à la rétrogradation limitée, garantissant ainsi une texture homogène au cours du temps.

Les mutants waxy sont des plantes dont la synthèse de la GBSS (Granule Bound Starch Synthase), encore appelée Wx protéine, enzyme capitale dans la synthèse de l'amylose, est inhibée, ou des plantes synthétisant de la GBSS inactive. La plupart des amidons waxy proviennent de plantes diploïdes telles que l'orge, le maïs, le riz ou la pomme de terre.

En effet, les techniques utilisées pour obtenir de l'amidon waxy sont plus adaptées aux plantes diploïdes. Par exemple, les traitements mutagènes utilisant des rayons X ou de l'éthylméthane-sulphonate conviennent très bien à des plantes diploïdes, mais sont inefficaces sur des plantes tétra- ou hexaploïdes, ces dernières n'exprimant pas la mutation récessive. Il est donc plus difficile d'obtenir des mutants waxy à partir de plantes polyploïdes compte tenu de la présence de plusieurs isoenzymes qui interviennent dans la synthèse de l'amylose.

Ainsi le blé est polyploïde, et la plupart des variétés de blé sont hexaploïdes, avec trois groupes de sept paires de chromosomes. Trois gènes codent pour trois isoformes de la GBSS, Wx-A1, Wx-B1 et Wx-D1. Ces trois isoformes de la GBSS peuvent être séparées en fonction de leur poids moléculaire. Par ailleurs, elles présentent des propriétés structurales, chimiques et biochimiques différentes.

On a identifié quelques variétés de blé "partiel waxy" naturelles dans lesquelles une ou deux des isoenzymes sont inactives ou absentes. On appelle également "partiel waxy " les amidons issus de ce blé. Dans ces amidons "partiel waxy" la concentration en amylose est

diminuée plus ou moins mais pas nulle, et dans certain cas la teneur en amylose reste quasiment inchangée par un phénomène de compensation.

Par contre, l'existence d'un mutant "full waxy" naturel est très improbable, puisqu'il faudrait une mutation récessive sur chacun des trois loci.

Une méthode de sélection a été développée et décrite (Toshiki Nakamura et al., Mol Gen Genet, 1995, n° 248, p. 253-259) pour l'obtention de blé hexaploïde full waxy. Elle consiste à croiser une variété de blé hexaploïde "partiel waxy" mutée sur les gènes A et B, Kanto 107, et une variété de blé hexaploïde "partiel waxy" mutée sur le gène D, Bai Huo. Un faible pourcentage des semences issues de ce croisement est full waxy et les générations issues de ces semences présentent le phénotype full waxy.

La méthode utilisée pour obtenir les produits de la présente invention consiste également à croiser deux variétés de blé hexaploïde, l'une double mutant aabbDD et l'autre mutant sur le génome D, AABBdd, mais adaptées à la culture occidentale. En effet, les principales variétés mutées sur l'un des gènes impliqués appartiennent à des variétés non adaptées à la culture occidentale, soit parce qu'il s'agit de variétés anciennes, très grandes, à faible rendement potentiel, soit parce qu'il s'agit de variétés d'autres pays qui ont du mal à s'adapter aux conditions occidentales. Il existe en Occident plusieurs variétés du type aabbDD, on peut citer entre autres IKE et ROSELLA.

On s'attendait à ce que les produits issus du blé full waxy présentent une faible viscosité et une texture élastique indésirables. Ce préjugé est en effet

perpétué et véhiculé notamment dans la demande de brevet canadien n° 2 194 944 dans laquelle les farines de blé waxy ne sont utilisées que mélangées à des farines traditionnelles pour l'obtention d'un produit satisfaisant.

5 Or les produits issus du blé full waxy selon l'invention présentent, de façon inattendue, des caractéristiques particulièrement adaptées notamment aux produits alimentaires ou non alimentaires qui ont tendance à rétrograder sans qu'il soit nécessaire de les mélanger à  
10 des produits issus de blé traditionnel.

L'invention se rapporte donc à l'utilisation des produits issus de blé full waxy, notamment des farines de blé full waxy, des amidons de blé full waxy, des grains de blé full waxy.

15 On entend par farine, amidon, grain ou produit issus de blé full waxy, une farine, un amidon, un grain ou un produit issu de blé dont la teneur en amylose des granules d'amidon est non significative ou nulle, c'est à dire de l'ordre de  $0\% \pm 1\%$ .

20 La présente invention a donc pour objet une farine ou de l'amidon de blé full waxy qui présentent par une teneur en amylose non significative ou nulle, de l'ordre de  $0\% \pm 1\%$ . La teneur en amylose est déterminée par la méthode de la "blue value" décrite dans l'article paru  
25 dans "Starch / Stärker", volume 48, n°9 p. 338-344 de 1996, dont les auteurs sont Batey Ian et al., intitulé "Measurement of amylose / amylopectine ratio by high performance liquid chromatography".

30 Les farines de blé full waxy objet de l'invention présentent une humidité comprise entre environ

9 et 15%, de préférence comprise environ entre 11 et 13%, un taux de protéines compris environ entre 9 et 20%, de préférence compris environ entre 12 et 16% par rapport à la matière sèche.

5                    Selon un mode préféré de l'invention, les farines de blé full waxy présentent une humidité d'environ 13% et un taux de protéines d'environ 15,4%.

10                   Le profil viscosimétrique de l'amidon ou de la farine de blé full waxy mesuré par Rapid Visco-Analyser ou RVA (4g à 14% H<sub>2</sub>O + 24,5 ml d'eau) présente une température de début de gélatinisation, autrement appelée "pasting" comprise entre 60 et 80°C, un pic compris entre 140 et 600 RVU (unité RVA), une chute de viscosité ou "breakdown" comprise entre 0 et 400 RVU et une viscosité finale  
15                   comprise entre 0 et 300 RVU.

20                   Selon un mode préféré de l'invention, le profil viscosimétrique de la farine de blé full waxy mesuré par RVA (4g à 14% H<sub>2</sub>O + 24,5 ml d'eau) présente une température de début de gélatinisation de 66,15°C, un pic de 284 RVU, une chute de viscosité de 177 RVU et une viscosité finale de 138 RVU. Le profil viscosimétrique de l'amidon de blé full waxy mesuré par RVA (4g à 14% H<sub>2</sub>O + 24,5 ml d'eau) présente une température de début de gélatinisation de 65,3°C, un pic de 351 RVU, une chute de viscosité de 224  
25                   RVU et une viscosité finale de 157 RVU.

                  A titre de comparaison, la viscosité finale d'une farine de blé traditionnelle est largement supérieure à la viscosité plateau du fait de la rétrogradation de l'amidon.

L'enthalpie mesurée pour la farine et l'amidon full waxy est comprise entre 5 et 15 J/g, et de préférence entre 8 et 13.

Dans un mode préféré de l'invention l'enthalpie pour la farine de blé full waxy est de 10,2 J/g et de 12,98 J/g pour l'amidon full waxy.

L'enthalpie est mesurée par DSC (Differential Scanning Calorimeter) selon le protocole suivant :

- Conditionnement : la cellule de référence contient de l'eau (850 mg). La prise d'échantillon est de 89 mg, complétée à 850 mg avec de l'eau. Le temps de conditionnement (mouillage de l'échantillon dans la cellule fermée à température ambiante) est de 1 heure.

- Cycle :

. Appareil micro DSC SETARAM III;  
. Température de début 25°C;  
. Chauffage jusqu'à 110°C à raison de 1,2°C/minute (vitesse maximale de l'appareil);  
. Refroidissement à 25°C à raison de 3°C/minute.

Les résultats analytiques des produits issus de l'invention, farine et amidon full waxy, montrent que la farine et l'amidon présentent avantageusement, compte tenu de l'absence d'amylose, une absence de rétrogradation.

De plus, la farine issue de ce blé, compte tenu des protéines associées et des autres composants, présente un comportement glaireux limité par rapport à l'amidon de blé full waxy.

Un avantage de l'invention est que cette farine et / ou cet amidon full waxy peuvent être utilisés tels quels dans l'industrie alimentaire et non alimentaire, c'est à dire sans les mélanger à des farines de blé traditionnelles.

Les farines de blé full waxy présentent avantageusement, notamment par rapport au maïs waxy, un goût plus neutre et une couleur plus blanche permettant un accès à un plus grand nombre d'applications.

Dans l'industrie alimentaire, ils permettent la préparation de produits qui peuvent se conserver sans évolution de la texture.

Les amidons full waxy extraits directement du blé full waxy ou extraits des farines de blé full waxy, permettent notamment une conservation de la neutralité organoleptique et de la translucidité.

Dans l'industrie non alimentaire, ces amidons et / ou ces farines de blé full waxy peuvent être avantageusement utilisés dans le domaine des cosmétiques, des peintures, des colles pour augmenter la cohésion de ces produits, ou comme substrat d'hydrolyse ou de fermentation.

L'utilisation des farines et / ou des amidons de blé full waxy selon l'invention permet d'obtenir :

- des produits de biscuiteries où la fêlure est diminuée de façon significative;
- des produits de charcuterie dont la tenue et la texture sont améliorées, ce qui constitue un avantage pour des traitements de stérilisation;

- des aliments pour animaux qui présentent une forte rétention d'eau et une forte adhésivité, ce qui est avantageux pour la stabilité des produits;

5       - des sauces, plats cuisinés et produits laitiers où l'on peut obtenir, en léger surdosage de farine, des fonctionnalités de type résistance à des contraintes technologiques : cisaillement, acidité, cycle congélation / décongélation et traitement thermique identique aux amidons modifiés tout en conservant une  
10       déclaration "INGRÉDIENT";

      - des produits "batters" et autres produits d'enrobage où l'adhésivité de la chapelure est améliorée et la fêlure est diminuée lors de la conservation.

15               L'invention a donc pour objet l'utilisation d'une farine ou d'un amidon définis pour fabriquer des produits laitiers, des produits de biscuiterie, des sauces, des plats cuisinés, des aliments pour animaux.

20               On peut citer également d'autres utilisations des farines et/ou amidons de blé full waxy selon l'invention comme :

      - Substrat d'hydrolyse (chimique ou enzymatique) en vue de la production de malto-dextrines, puisqu'en offrant l'avantage de temps d'hydrolyse réduits,  
25       ils permettent d'améliorer le rendement de la production de malto-dextrines et leur confèrent un caractère non rétrogradant. Les maltodextrines ainsi obtenues peuvent servir, par exemple, à la confection de colles pour  
30       lesquelles on observe alors un maintien de la viscosité

dans le temps du fait de la non rétrogradation. Les maltodextrines ainsi obtenues peuvent également être utilisées comme substitut de matière grasse dans les produits alimentaires, par exemple les mayonnaises. En effet, les maltodextrines issus de blé traditionnel, malgré l'hydrolyse, présentent toujours l'inconvénient de rétrograder, entraînant une augmentation progressive de la viscosité au cours du stockage, modifiant la texture et l'aspect du produit. Or les maltodextrines issues de l'hydrolyse de farines full waxy et / ou d'amidon full waxy pallient tous ces problèmes et participe à la stabilisation de l'émulsion.

- Substrat de fermentation dans la confection d'un milieu de culture, pour un meilleur rendement de production de biomasse.

- Substrat de fermentation dans la confection d'un milieu de culture pour un meilleur rendement de production de métabolites spécifiques, par exemples de l'acide lactique, de l'acide acétique, etc. En effet, de façon surprenante, les farines et / ou les amidons de blé full waxy utilisées comme substrat favorisent la croissance de microorganismes (bactéries, levures) et permettent d'améliorer la productivité de métabolites spécifiques.

L'invention se rapporte donc aussi à l'utilisation de farine ou d'amidon définis précédemment comme substrat d'hydrolyse ou comme substrat de fermentation en vue de produire des malto-dextrines et de substrat de fermentation en vue d'une meilleure production de biomasse et de métabolites spécifiques.

Des applications préférées des farines et/ou des amidons de blé full waxy de l'invention sont résumées dans le tableau 1 ci-dessous.

Tableau 1

Applications des farines et / ou amidons de l'invention	Fonctionnalités et avantages
Biscuiterie	Diminution de la fêlè
Sauces et plats cuisinés	Absence de rétrogradation, absence de synérèse => conservation
Alimentation animale	Forte rétention d'eau, forte adhésivité
Substrat d'hydrolyse, production de malto-dextrines	Temps d'hydrolyse réduits, substituts de matière grasse, stabilisateurs d'émulsion.
Substrat de fermentation	Augmentation de la fermentation ⇒ Meilleur rendement lors de la production de biomasse ⇒ Production de métabolites

L'invention concerne aussi l'utilisation d'une farine ou d'un amidon définis précédemment pour la fabrication de produits non alimentaires comme des produits cosmétiques, des colles ou les peintures.

L'invention concerne donc des produits alimentaires comme des produits de biscuiterie, de charcuterie, des aliments pour animaux, des sauces et plats cuisinés, des produits laitiers, contenant une farine ou un amidon définis précédemment. L'invention concerne aussi un milieu de culture de micro-organismes ou des produits non alimentaires comme des produits cosmétiques, des colles ou les peintures contenant de l'amidon et/ou de la farine définis précédemment.

La présente invention concerne également des amidons et/ou des farines de blé full waxy obtenus par sélection ou génie génétique qui ont subi un traitement hydrothermique préalable en vue d'améliorer significativement leur fonctionnalité.

L'invention concerne donc aussi un procédé de préparation d'une farine de blé full waxy fonctionnelle comprenant la préparation, à partir de grains de blé full waxy, d'une farine de départ de granulométrie définie, caractérisé en ce que l'on soumet ladite farine à un traitement hydrothermique consistant en l'apport d'eau ou de vapeur et d'énergie thermique pour obtenir un degré de gélatinisation de l'amidon compris entre 15 et 99% et de préférence entre 20 et 80% en un temps très court, de l'ordre de 5 minutes. L'invention se rapporte aussi à une farine susceptible d'être obtenue par ce procédé.

L'invention concerne également un procédé de préparation d'un amidon de blé full waxy amélioré, caractérisé en ce que l'on soumet l'amidon extrait de grains de blé full waxy à un traitement hydrothermique consistant en l'apport d'eau ou de vapeur et d'énergie thermique pour obtenir un degré de gélatinisation de l'amidon compris entre 15 et 99%. L'invention se rapporte aussi à un amidon susceptible d'être obtenu par ce procédé.

Les farines et les amidons de blé full waxy ayant subi un traitement hydrothermique selon l'invention seront aussi désignées ci-après farines BFW-HT et amidons BFW-HT.

Il faut rappeler que les amidons waxy natifs présents sur le marché, sont issus du maïs essentiellement, et sont peu utilisés industriellement du fait des textures élastiques et « glaireuses ». Ils servent de substrat pour l'obtention d'amidons modifiés par réticulation ou stabilisation.

La réticulation consiste à introduire des liaisons chimiques dans le but d'augmenter la résistance de la granule.

La stabilisation consiste à introduire des macromolécules qui créent des répulsions interchaînes et empêchent la réassociation des chaînes de façon à limiter considérablement la synérèse.

Ces amidons modifiés présentent de bonnes fonctionnalités, mais sont soumis à une réglementation européenne spécifique prescrivant l'utilisation de la mention « ADDITIF » (ex : E1422) alors que la déclaration d'étiquetage des amidons natifs reste « INGREDIENT ».

La présente invention a donc également pour but d'offrir une farine BFW-HT ou un amidon BFW-HT qui présente des fonctionnalités équivalentes à celles des amidons modifiés pour certaines applications tout en bénéficiant d'une déclaration d'étiquetage INGREDIENT, et non ADDITIF, ce qui offre un avantage remarquable vis à vis de l'accueil du produit par les consommateurs.

Néanmoins, les amidons de blé full waxy peuvent également servir de substrat pour l'obtention d'amidons de blé full waxy modifiés, par réticulation ou stabilisation.

Les farines et/ou amidons de blé full waxy présentent des avantages considérables qui sont encore

améliorés par un traitement hydrothermique spécifique, donnant ainsi des farines BFW-HT ou des amidons BFW-HT, qui ont un niveau de fonctionnalité supérieur leur permettant de supplanter les amidons modifiés dans certaines applications. En effet, la farine BFW-HT présente un développement de viscosité significativement supérieur à celle de la farine de blé full waxy non traité thermiquement. Le gain de viscosité est conservé à l'issue du refroidissement et permet une utilisation comme ingrédient hautement fonctionnel. Le traitement thermique permet également d'inactiver les activités endogènes qui peuvent être présentes dans les farines et principalement l'activité amylasique. Il permet également de limiter le comportement glaireux souvent rencontré, notamment dans le maïs waxy, et d'apporter ou de mettre en exergue de nouvelles fonctionnalités de type viscosifiant.

Différents types de traitement thermique sont connus de l'homme du métier. Il existe deux voies principales qui permettent d'obtenir deux grandes classes de produits, et résumées dans le tableau 2 ci-dessous.

Tableau 2.

	Technologies	Fonctionnalités
Produits instantanés ⇒ Pour procédé à froid Ex : sauces instantanées	=> Prégélatinisation (Ex : Cuisson extrusion, Jet cooker, Cylindres sécheurs...)	Développement rapide de la viscosité, instantanéisation Bonne rétention d'eau
Produits à cuire ⇒ Pour procédé à chaud Ex : sauce à cuire	=> Heat/moisture treatment (correspondant à un traitement hydrothermique). => annealing (correspondant à un traitement hydrothermique plus doux et plus long)	Prégélatinisation partielle  Amélioration de la stabilité granulaire Stabilité thermique et cisaillement

Ainsi, on distingue d'abord les technologies dont le pourcentage d'eau utilisé par rapport à la matière sèche, amidon ou farine, est très important et la température très supérieure à la température de gélatinisation (exemple : échangeur à surface raclée, jet cooker, cylindre sécheur, cuiseur extrudeur). Elles sont utilisées pour la réalisation de produits dits « instants ». Ces produits sont chauffés à haute température pour gélatiniser au maximum les amidons. Lors de leur mise en œuvre dans une formulation, une phase de cuisson n'est plus nécessaire. Ils conviennent particulièrement au procédé à froid, par exemple aux soupes ou sauces instantanées...

Il faut également distinguer les technologies plus douces visant à prégélatiniser partiellement l'amidon ou à modifier sa structure granulaire et améliorer sa

stabilité à des contraintes de type cisaillement et traitement thermique ("heat moisture treatment" et "annealing"). Lors de leur mise en œuvre, une étape de cuisson est nécessaire pour développer leur viscosité.

5 Des essais réalisés en cuisson extrusion ont permis la réalisation de farines instantes à base de farine de blé full waxy. Les farines ayant subi ce traitement présentent une forte adhésivité limitant les applications alimentaires. Par contre, elles peuvent être  
10 avantageusement utilisées en alimentation animale (croquettes sèches ou granulés) pour améliorer la dureté et durabilité et limitant ainsi les freintes (ou pertes) lors du procédé de granulation.

Comme indiqué précédemment, l'invention se  
15 rapporte aussi à une farine et/ou un amidon de blé full waxy ayant subi un traitement thermique selon l'une des techniques mentionnées précédemment. Un procédé préféré selon l'invention pour obtenir de telles farine ou amidon consiste à faire subir à une farine et/ou un amidon de blé  
20 full waxy un traitement hydrothermique et un séchage pour une prégélatinisation partielle, permettant de modifier la structure cristalline de l'amidon de façon à développer des viscosités supérieures compétitives à certains amidons modifiés.

25 Les étapes de traitement hydrothermique et de séchage sont caractérisées en ce que l'on apporte à la farine et / ou à l'amidon de l'eau ou de la vapeur et de l'énergie thermique pour obtenir un degré de gélatinisation de l'amidon compris entre 15 et 99 % et de préférence entre  
30 20 et 80 % en un temps très court, avantageusement

inférieur ou égal à 5 minutes. Les étapes de traitement hydrothermique et de séchage selon le procédé sont réalisées à des températures comprises entre 210 et 250°C et de préférence de l'ordre de 220°C, pendant une durée inférieure à environ 5 minutes.

Différents matériels et méthodes peuvent être mis en œuvre pour les étapes de traitement hydrothermique et de séchage du procédé. On peut citer par exemple, le cuiseur extrudeur présentant une forte dégradation de l'amidon, les tambours sécheurs, le jet cooking, les échangeurs à surface raclée, et l'atomisation d'un empois d'amidon. Parmi ceux-ci, on préfère une technique habituellement utilisée pour débactériser des sons, des germes et des farines, et pour sécher et prégélatiniser des farines, basée sur la mise en suspension du produit en haute turbulence dans un courant d'air chauffé et en contact permanent avec une surface également chauffée.

Un dispositif pour la mise en œuvre de cette technique comporte deux parties, un cuiseur et un sécheur, chacun constitué d'un cylindre horizontal où une hélice horizontale permet de maintenir le produit contre les parois par centrifugation. Un circuit d'huile thermique assure le chauffage des cylindres grâce à un manteau coaxial. Le cuiseur peut recevoir de l'eau et/ou vapeur et divers autres additifs. Ainsi sous l'effet de l'eau associé à l'apport d'énergie thermique, les propriétés rhéologiques (viscosité, capacité d'absorption...) de l'amidon ne sont plus les mêmes. Le produit est ensuite transféré dans le sécheur, où de l'air chauffé via un échangeur de chaleur est injecté dans le cylindre. Le produit est alors séché

par conduction (parois chauffées) et par convection (air chauffé). Les principaux paramètres à réguler sont les débits matières et eau, les temps de séjour et les températures utilisées.

5 L'étape de traitement hydrothermique suivie de l'étape de séchage du procédé de l'invention sont donc avantageusement réalisées par mise en suspension de la farine et/ou de l'amidon en haute turbulence dans un courant d'air chauffé et en contact permanent avec une  
10 surface également chauffée, en apportant de l'eau ou de la vapeur.

L'invention se rapporte donc également aux farines et/ou amidons BFW-HT. Elles sont remarquables car elles présentent une coloration non modifiée par le  
15 traitement, une inactivation enzymatique et de remarquables fonctionnalités les rendant compétitives des amidons natifs et des amidons modifiés pour certaines applications.

Les farines BFW-HT obtenues présentent les caractéristiques suivantes :

- 20 - Humidité : 3 à 12%  
- Protéine (% / matière sèche) : 10 à 16%

Le degré de gélatinisation, est fonction de l'intensité du traitement thermique, il est compris : compris entre 15 et 99% et de préférence entre 20 et 80%.

25 Selon un mode préféré de l'invention, le profil viscosimétrique de la farine BFW-HT mesuré par RVA (4g à 14% H<sub>2</sub>O + 24,5 ml d'eau) présente une température de début de gélatinisation de 64,55°C, un pic de 479 RVU, une chute de viscosité de 309 RVU et une viscosité finale de 223 RVU.

Dans un mode préféré de l'invention l'enthalpie mesurée par DSC pour la farine BFW-HT, selon le protocole décrit précédemment, est de 7,7 J/g.

5 Les farines et / ou amidons de blé BFW-HT peuvent être utilisées dans l'industrie alimentaire. En effet, ces farines et / ou amidons possèdent d'excellentes propriétés viscosifiantes, liantes, sans rétrogradation lors du refroidissement.

10 De façon surprenante, les farines et / ou amidons de blé BFW-HT participent à stabiliser les émulsions, notamment les sauces émulsifiées, les produits de charcuterie, etc.

15 Ils présentent également une synérèse limitée du fait de l'absence de gélification, du fait de l'absence d'amylose, un très bon comportement vis-à-vis de la température, des faibles pH ainsi que pour de faibles niveaux de cisaillement. Et du fait qu'ils constituent un ingrédient base blé, les farines et/ou amidons BFW-HT n'apportent ni couleur, ni goût parasite.

20 Ils peuvent donc selon les applications se substituer soit aux amidons natifs soit aux amidons modifiés. Ils présentent les avantages suivants selon les applications rapportées dans le tableau 3 ci-dessous.

Tableau 3

Applications des farines et ou amidons de l'invention	Fonctionnalités et avantages
Snacks et autres produits extrudés	Augmentation de l'expansion Amélioration du fondant et perception organoleptique
Sauces et plats cuisinés	Absence de rétrogradation, absence de synérèse Amélioration de la texture et perception organoleptique
Produits laitiers et desserts	Viscosité et résistance aux contraintes technologiques et absence de synérèse
Charcuterie et aliments pour animaux	Amélioration de la tenue et la texture Meilleure rétention d'eau, augmentation du rendement technologique
Produits de panification et viennoiserie	Amélioration de l'alvéolage, augmentation de l'hydratation, meilleure conservation
Pâtisseries	Amélioration de la tenue et de la texture
Substrat d'hydrolyse, production de malto-dextrines	Temps d'hydrolyse réduits, substituts de matière grasse, stabilisateurs d'émulsion.

Substrat de fermentation	Augmentation de la fermentation ⇒ Meilleur rendement lors de la production de biomasse ⇒ Production de métabolites
--------------------------	--

L'invention concerne donc également l'utilisation de la farine BFW-HT comme ingrédient, en particulier comme produit de substitution de farines non  
 5 traitées et / ou d'amidons natifs et / ou modifiés, pour la fabrication de produits alimentaires, et plus particulièrement pour la fabrication de snacks et autres produits extrudés, de panification et de viennoiserie, de charcuterie, d'aliments pour animaux, de sauces et plats  
 10 cuisinés, de produits laitiers etc....

Comme indiqué dans le tableau 3 ci-dessus, l'utilisation des farines BFW-HT de l'invention permet d'obtenir :

- des snacks et autres produits extrudés  
 15 présentant une amélioration de l'expansion, du fondant, de la perception organoleptique,

- des produits de panification et de viennoiserie qui présentent une amélioration de l'alvéolage, une augmentation de l'hydratation et une  
 20 meilleure conservation;

- des produits de charcuterie et des aliments pour animaux dont la tenue et la texture sont améliorées, ce qui constitue un avantage pour des traitements de stérilisation. On note également une meilleure rétention  
 25 d'eau et une augmentation du rendement technologique;

- des sauces, plats cuisinés, produits laitiers et desserts pour lesquels on peut obtenir, en léger surdosage de farine, des fonctionnalités de type résistance à des contraintes technologiques : cycles congélation / décongélation, cisaillement, acidité et traitement thermique identique aux amidons modifiés tout en conservant une déclaration "INGRÉDIENT". On observe pour ce produits une absence de rétrogradation, une absence de synérèse en même temps q'une amélioration de la texture et de la perception organoleptique.

Les farines et / ou amidons BFW-HT peuvent également servir de :

- Substrat d'hydrolyse (chimique ou enzymatique) en vue de la production de malto-dextrines, puisqu'en offrant l'avantage de temps d'hydrolyse réduits, ils permettent d'améliorer le rendement de la production de malto-dextrines et leur confèrent un caractère non rétrogradant. Les maltodextrines ainsi obtenues peuvent servir, par exemple, à la confection de colles pour lesquelles on observe alors un maintien de la viscosité dans le temps du fait de la non rétrogradation. Les maltodextrines ainsi obtenues peuvent également être utilisées comme substitut de matière grasse dans les produits alimentaires, par exemple les mayonnaises. En effet, les maltodextrines issus de blé traditionnel, malgré l'hydrolyse, présentent toujours l'inconvénient de rétrograder, entraînant une augmentation progressive de la viscosité au cours du stockage, modifiant la texture et l'aspect du produit. Or les maltodextrines issues de l'hydrolyse de farines et / ou d'amidon BFW-HT pallient

tous ces problèmes et participe à la stabilisation de l'émulsion.

- Substrat de fermentation dans la confection d'un milieu de culture, pour un meilleur rendement de production de biomasse.

- Substrat de fermentation dans la confection d'un milieu de culture pour un meilleur rendement de production de métabolites spécifiques, par exemples de l'acide lactique, de l'acide acétique, etc. En effet, de façon surprenante, les farines et / ou les amidons BFW-HT utilisées comme substrat favorisent la croissance de microorganismes (bactéries, levures) et permettent d'améliorer la productivité de métabolites spécifiques.

L'invention envisage toute particulièrement l'utilisation d'une farine, d'un amidon BFW-HT ou d'un mélange de ceux-ci pour la fabrication de snacks et autres produits extrudés, de produits alimentaires de biscuiterie, de panification et de viennoiserie, de charcuterie, d'aliments pour animaux, de sauces et plats cuisinés, de produits laitiers, de batters, ou de produits non alimentaires tels que les colles, les peintures, les produits cosmétiques. L'invention envisage également toute particulièrement l'utilisation d'une farine, d'un amidon BFW-HT ou d'un mélange de ceux-ci comme substrat d'hydrolyse ou comme substrat de fermentation.

L'invention a donc encore pour objet des produits alimentaires tels que snacks et autres produits extrudés, des produits alimentaires de biscuiterie, de panification, de viennoiserie, de charcuterie, des aliments

pour animaux, des sauces et plats cuisinés, des produits laitiers et desserts contenant une farine et/ou un amidon BFW-HT selon l'invention.

5 L'invention a donc encore pour objet des produits non alimentaires tels que milieux de culture de microorganismes, colles, peintures, produits cosmétiques contenant une farine et/ou un amidon BFW-HT selon l'invention.

10 Ainsi l'utilisation de la farine BFW-HT et / ou d'amidon BFW-HT permet d'obtenir une sauce de viscosité comparable à celle réalisée avec des amidons modifiés (réticulés et stabilisés).

15 A titre d'exemple, la sauce Béchamel préparée à partir de farine BFW-HT, présente une texture fluide non rétrogradée, homogène lisse et sans synérèse. L'utilisation d'une telle farine permet de garantir une parfaite reproductibilité des sauces réalisées et permet de conserver l'authenticité d'une sauce Béchamel traditionnellement réalisée par la ménagère avec une farine  
20 de blé. De plus, la farine BFW-HT permet, à fonctionnalités égales avec un amidon modifié, de bénéficier d'une déclaration « Ingrédient » et non « additif », critère recherché par les consommateurs.

25 L'invention concerne également un dispositif pour la réalisation des étapes de traitement hydrothermique et de séchage, qui comprend :

- un cuiseur constitué d'un cylindre horizontal où une hélice horizontale permet de maintenir le produit contre les parois par centrifugation, pouvant recevoir de  
30 l'eau et / ou de la vapeur;

- un sécheur constitué d'un cylindre horizontal où une hélice horizontale permet de maintenir le produit

contre les parois par centrifugation et ou de l'air chauffé via un échangeur de chaleur est injecté;

- un circuit, comme un circuit d'huile thermique assurant le chauffage des cylindres grâce à un manteau coaxial.

D'autres exemples et avantages de l'invention apparaîtront dans les exemples qui suivent concernant notamment l'utilisation de farines et/ou d'amidons de blé full waxy, le procédé de l'invention et les farines et amidons BFW-HT obtenus et leurs utilisations. Il sera fait référence dans ce qui suit aux dessins en annexe dans lesquels :

La figure 1 représente les courbes de viscosité RVA de farine et amidon de blé full waxy.

La figure 2 représente les courbes de DSC de farine et amidon de blé full waxy.

La figure 3 représente les courbes de viscosité RVA de farine de blé full waxy native et de farine BFW-HT.

La figure 4 représente les courbes de DSC de farine de blé full waxy native et de farine BFW-HT.

La figure 5 représente les courbes des propriétés d'écoulement de l'amidon modifié (E1422) et de Farine BFW-HT de sauces béchamel congelées.

La figure 6 représente les courbes des propriétés d'écoulement de l'amidon modifié (E1422) et de Farine BFW-HT de sauces tomates pasteurisées.

Exemple n° 1 : Farines et amidons de blé full waxy.

Une farine de blé full waxy est obtenue par mouture sur cylindre de grains de blé Full Waxy obtenu par croisement d'un blé aabbDD d'une variété IKE et d'une lignée possédant l'allèle AABBdd de la variété Bai Huo.

5 Elle présente les caractéristiques suivantes :

- Humidité : 13%
- Protéine (% / matière sèche) : 15,4%

Le profil viscosimétrique de cette farine ou de l'amidon extrait et mesurés au RVA (4g à 14% H<sub>2</sub>O + 24,5 ml d'eau) sont les suivants :

10

▪ Résultats RVA

	Température de début de gélatinisation °C	Pic RVU	Chute de viscosité RVU	Viscosité Finale RVU
Farine de blé full waxy -	66,15	284	177	138
Amidon extrait de blé full waxy	65,3	351	224	157

Les courbes de la Figure 1 représentent la viscosité RVA : farine et amidon de blé full waxy.

15

▪ Résultats DSC

	Pic 1			Pic 2 (complexe amylose - lipide)		
	T°C de changement d'état de l'amidon	Température de pic °C	Enthalpie J/g	Onset point	Temp. pic	Enthalpie J/g
Farine full waxy	62,86	68,54	10,2	Pas d'amylose		
Amidon full waxy	59,27	65,93	12,98	Pas d'amylose		

L'absence du deuxième pic, normalement observé pour la farine de blé traditionnelle, est bien révélatrice de l'absence d'amylose.

Les courbes de la figure 2 représentent les résultats DSC farine et amidon de blé full waxy.

▪ Dosage de l'amylose (blue value)

La teneur en amylose est déterminée par la méthode de la « blue value » : Iodine determination of amylose content référencée par Batey Ian et al, Starch / Stärker 48 (1996), n°9, p 338-344. La teneur en amylose pour l'amidon et la farine de blé full waxy = 0% (par rapport à la matière sèche), la tolérance de la méthode étant de +/- 1%.

Exemple n° 2 : Farine de blé full waxy comme substrat de fermentation.

Des solutions composées de 30% de farine (farine de blé normal d'une part et blé full waxy d'autre part) sontensemencés à  $1.10^7$  UGC/g avec un *Lb. Plantarum* et un *Ln. Mesenteroides* de façon à représenter une population composée de souche homofermentaire et hétérofermentaire. La fermentation dure 24 h et est suivie au cours du temps, une détermination de la flore totale est réalisée après 24 heures. Les résultats sont les suivants :

▪ croissance bactérienne

	Bactéries lactiques
Farine blé Full waxy	$1,6.10^8$
Farine blé normale	$<1.10^7$

▪ suivi pH

Temps en heure	2h	4h	6h	8h	24h
Farine de blé full waxy	5,84	5,93	4,97	4,42	3,49
Farine de blé normal	5,9	5,96	5,18	4,29	3,67

▪ suivi de l'acidité titrable (TTA) au cours du temps.

Temps en heure	2h	4h	6h	8h	24h
Farine de blé full waxy	49,2	41	54,9	76,5	295,1
Farine de blé normal	15,2	21,2	36,4	60,6	278,8

5

10

Les résultats obtenus montrent que l'utilisation d'une farine de blé full waxy permet d'augmenter de façon significative la croissance bactérienne, la valeur finale de la production d'acide et de diminuer la valeur du pH final. En conséquence l'emploi de la farine full waxy permet d'améliorer la productivité de métabolites spécifiques (ex : acide lactique, acide acétique...) et favorise la croissance bactérienne.

15

Exemple n° 3 : Obtention d'une farine BFW-HT et résultats comparatifs.

Choix de la farine issue d'une variété de blé full waxy de l'exemple 1.

Traitement thermique pour modifier et obtenir la structure cristalline optimale. Les paramètres sont rapportés dans le tableau 4 ci-dessous.

Tableau 4

température cuiseur	200 à 250°C
débit matière	100 kg/h
% eau / débit matière	8 %
température sécheur	200 à 220°C

La farine obtenue est broyée et/ou tamisée, de préférence à 250 $\mu$  pour limiter la perception granuleuse en bouche.

La farine BFW-HT ainsi obtenue présente les caractéristiques suivantes :

- Humidité : comprise entre 4 et 12%
- granulométrie voisine de 150 $\mu$

▪ Résultats comparatifs RVA.

Les profils viscosimétriques de la farine de blé full waxy native et farine BFW-HT mesurés au RVA (4g à 14% H<sub>2</sub>O + 24,5 ml d'eau) sont les suivants :

	Température de début de gélatinisation °C	Pic RVU	Chute de viscosité RVU	Viscosité Finale RVU
Farine de blé Full waxy native	66,15	284	177	138
Farine BFW-HT	64,55	479	309	223

Les courbes de la Figure 3 représentent la viscosité RVA : farine de blé full waxy native et farine BFW-HT.

La farine HT présente un développement de viscosité significativement supérieur à celle de la farine de blé full waxy native. Le gain de viscosité est conservé à l'issue du refroidissement et permet une utilisation comme ingrédient hautement fonctionnel.

▪ Résultats comparatifs RVA.

	Pic 1			Pic 2 (complexe amylose - lipide)		
	T°C de changement d'état de l'amidon	Température de pic	Enthalpie J/g	Onset point	Temp. pic	Enthalpie J/g
Farine blé full waxy	62,86	68,54	10,2	P as d'amylose		
Farine BFW-HT	61,26	67,54	7,7	P as d'amylose		

L'absence du deuxième pic normalement observé pour la farine de blé traditionnelle est bien révélatrice de l'absence d'amylose.

Les courbes de la Figure 4 représentent la DSC : farine de blé full waxy native et farine BFW-HT.

▪ Degré de gélatinisation

Le degré de gélatinisation est déterminé par le rapports des enthalpies mesurées par DSC selon la publication de P. Chinachoti et al. (Journal of Food Science, vol 55, n°2 1990, pages 543 et suivantes). Le degré de gélatinisation est calculé par DSC (Differential Scanning Calorimeter) dont le principe est basé sur la

mesure d'énergie d'un changement induit par une variation de température. Il est calculé selon l'équation suivante :

$$DG = \frac{1 - \text{Enthalpie produit traité thermiquement}}{\text{Enthalpie produit natif}} \times 100$$

$$\text{Soit, } (1 - (7,7/10,2)) \times 100 = 24,5 \%$$

Les exemples ci-après d'utilisation de la farine de l'exemple n° 3 sont choisis pour illustrer les différentes utilisations et marchés cibles pouvant contenir la farine et / ou l'amidon BFW-HT.

Exemple n°4 : Utilisation de farine BFW-HT pour les snacks et autres produits d'extrusion.

Des snacks sont réalisés avec les formules suivantes :

	Snack de l'invention	Témoin
Farine blé normale	67,5	97,5
Farine BFW-HT	30	-
Sel	2	2
Monoglycéride	0,5	0,5

Le mélange est extrudé sur BC45 avec une configuration spécifique pour une expansion directe (pas dégressif et contre filet en dernière position) et filières cylindriques pour la réalisation de boules. Les 2 mélanges sont extrudés dans les mêmes conditions à des températures de 100°C. Les produits sont découpés en sortie de filière. Après refroidissement, les densités des snacks sont mesurées et les snacks dégustés.

	Farine BFW-HT	Farine de Blé normal
Densité des snacks	43g/l +/- 2	55g/l +/- 4
Niveau d'expansion	supérieur	normal

Les résultats obtenus montrent que l'utilisation d'une farine BFW-HT, utilisée en complément d'une farine traditionnelle, permet d'augmenter de façon significative le niveau d'expansion. Utilisé dans ces conditions à des concentrations supérieures à 30% , une perception de collant en bouche limite son utilisation. Dans tous les cas, le niveau d'expansion est supérieur.

#### Exemple n° 5 : Application charcuterie.

Une formulation de saucisses pour choucroute stérilisée est rapportée dans le tableau ci-dessous.

Tableau 5

	Témoin (en %)	Saucisse de l'invention (en %)
viande de porc séparée mécaniquement	10	10
purée de Couenne	5	5
bœuf fabrication	18	18
jarret de porc	12	12
gras dur	30	30
glace	19	19
caséinates	1	1
sel nitrité	0,8	0,8
phosphates	0,3	0,3
tradirose	0,4	0,4
épices	0,5	0,5
fécule de pomme de terre (témoin)	3	-

Farine BFW-HT.	-	2
----------------	---	---

Les ingrédients secs et la glace sont incorporés dans une grande "cutter" auxquels le gras est progressivement incorporé pour créer l'émulsion. Dix tours de cutter sont nécessaires pour arriver à un cutterage classique des pâtes fines. La pâte présente alors une température voisine de 10°C. Elle est ensuite poussée à travers un boyau Nojax de 22 mm et portionnée. L'étape de cuisson est réalisée en plusieurs cycles pré-cuisson, fumage, cuisson et douchage.

Les saucisses sont alors mises en bocaux avec la choucroute à pH acide (environ 4) puis stérilisées pendant 30 minutes à 115°C.

Les saucisses sont évaluées à J + 10 jours sur des critères de tenue d'émulsion, de rendement technologique permettant de visualiser la perte de poids, l'apparence et la texture en bouche. Les résultats de cette évaluation sont rapportés dans le tableau 6 ci-dessous.

Tableau 6

Evaluation à J+10	Témoin	Saucisse de l'invention
Mise en oeuvre et tenue de l'émulsion	=	=
Apparence	=	=
Rendement après stérilisation : = (masse après - masse avant) / masse avant	102	106
Analyse sensorielle		
- fermeté au toucher	5/10	8/10
- fermeté en bouche	4/10	6/10

Le rendement après stérilisation n'est pas significativement différent.

L'utilisation de la farine BFW-HT, permet, même à des faibles concentrations, de stabiliser l'émulsion et d'apporter une viscosité finale à la saucisse identique à la viscosité développée par un amidon natif. De plus, cette farine BFW-HT permet de mieux résister aux 2 traitements thermiques successifs (cuisson + stérilisation) dans un environnement acide défavorable. Les mêmes rendements sont obtenus, mais surtout, la farine BFW-HT apporte un gain de fermeté, principal critère de qualité recherché pour les saucisses à pâte fine. De plus, l'emploi d'un ingrédient base blé n'apporte ni couleur, ni goût parasite.

Exemple 6 : Applications Sauces et Plats cuisinés (substitution d'amidon modifié).

Une formulation "Sauce béchamel" à congeler selon le tableau 7 ci-dessous.

Tableau 7

	Témoin (en %)	Sauce de l'invention (en %)
amidon modifié : COLFLO - E1422	3	-
Farine BFW-HT	-	4
sel	0,9	0,9
beurre	3,4	3,4
crème épaisse	7,7	7,7
eau	85	84

Les ingrédients secs sont mélangés, puis l'eau est ajoutée au fouet. Le mélange est porté à ébullition à l'aide d'un mélangeur chauffant (type saucier). Le cisaillement réalisé permet de mimer en partie les cisaillements rencontrés dans les procédés industriels. L'ébullition est maintenue 5 minutes. De l'eau est ajoutée pour respecter la formulation. Les sauces Béchamel sont mises en pot stockées à -18°C. Les produits sont évalués avant et après un cycle de congélation de 2 semaines. L'évaluation est réalisée sur des critères de viscosités à l'aide d'un rhéomètre (mesure des propriétés d'écoulement entre 1 et 500 s<sup>-1</sup> en 5 minutes avec un Carimed CSL 100 avec un cône de 4 cm - 4 degré et à une température de 40°C) et par un jury d'analyse sensorielle évaluant la texture en bouche et la couleur. Les résultats sont rapportés dans le tableau 8 suivant.

Tableau 8

	témoin	Sauce de l'invention
Aspect	Absence de rétrogradation Absence de synérèse	
Viscosité (mesure d'écoulement - voir courbes)	=	=
Analyse sensorielle - Couleur - texture en bouche	Translucide homogène	Blanche Homogène, onctueuse

Les courbes de la Figure 5 montrent les propriétés d'écoulement : amidon modifié (E1422) et Farine BFW-HT.

L'utilisation de la farine BFW-HT permet d'obtenir une sauce de viscosité comparable à celle

réalisée avec des amidons modifiés (réticulés et stabilisés). La sauce Béchamel présente une texture fluide non rétrogradée, homogène lisse, sans synérèse, qui résiste aux cycles congélation / décongélation. L'utilisation d'une telle farine permet de garantir une parfaite reproductibilité des sauces réalisées et permet de conserver l'authenticité d'une sauce Béchamel traditionnellement réalisée par la ménagère avec une farine de blé. De plus, la farine BFW-HT permet à fonctionnalités égales avec un amidon modifié de bénéficier d'une déclaration « Ingrédient » et non « additif », critère recherché par les consommateurs.

Exemple 7 : Application sauce tomate pasteurisée.

Une formulation sauce tomate pasteurisée est rapportée dans le tableau 9 suivant.

Tableau 9

	Témoin en %	Sauce de l'invention (en %)
Amidon modifié (Colflo 67 - E1422)	3	-
Farine BFW-HT	-	4
Sel	0,9	0,9
Concentré de tomate	13,3	13,3
Huile	8,1	8,1
eau	74,7	73,7

Les ingrédients secs sont mélangés, puis l'eau et le concentré de tomate sont ajoutés au fouet. Le mélange est porté à ébullition à l'aide d'un mélangeur chauffant (type saucier). Le cisaillement réalisé permet de mimer en  
5 partie les cisaillements rencontrés dans les procédés industriels. L'ébullition est maintenue 5 minutes. De l'eau est ajoutée pour respecter la formulation. Les sauces Tomates sont mises en pot et pasteurisée 1 heure à 100°C à l'aide d'un pasteurisateur.

10 Les produits sont évalués après 7 jours de stockage à 4°C (accélération du processus de rétrogradation) et après 1 mois à température ambiante. L'évaluation est réalisée sur des critères de viscosités à l'aide d'un rhéomètre (mesure des propriétés d'écoulement  
15 entre 1 et 500 s<sup>-1</sup> en 5 minutes avec un Carimed CSL 100 avec un cône de 4 cm - 4 degré et à une température de 40°C) et par un jury d'analyse sensorielle évaluant la texture en bouche et la couleur. Les résultats sont rapportés dans le tableau suivant.

Tableau 10

	Témoin	Sauce de l'invention Après 7 j à 4°C	Sauce de l'invention Après 1 mois à température ambiante
Aspect	Pas de rétrogradation Texture non gélifiée, très fluide		
Propriétés stabilisantes	Exsudation d'huile à la surface	Stabilisant d'émulsion Très homogène	
Viscosité (mesure d'écoulement - voir courbes)	=	=	=
Analyse sensorielle - Couleur  - texture en bouche	Translucide  Homogène	Légèrement plus opaque et plus clair. Homogène, onctueux	Légèrement plus opaque et plus clair. Homogène, onctueux

Les courbes de la Figure 6 représentent les propriétés d'écoulement : amidon modifié (E1422) et farine BFW-HT.

L'utilisation de la farine BFW-HT permet d'obtenir une sauce de viscosité comparable à celle réalisée avec des amidons modifiés (réticulés et stabilisés). La sauce Tomate présente une texture fluide non rétrogradée, homogène lisse et sans synérèse. L'utilisation d'une telle farine, dans des conditions acides - pH : 4) permet de garantir une parfaite reproductibilité des sauces réalisées. De plus, la farine BFW-HT permet à fonctionnalités égales avec un amidon modifié de bénéficier d'une déclaration « Ingrédient » et

non « additif », critère recherché par les consommateurs. Comme il n'a pas été observé de relargage d'huile, la farine de l'invention permet également dans une sauce tomate à pH : 4 de mieux stabiliser l'émulsion que l'amidon modifié. Cet exemple met en évidence une nouvelle fonctionnalité de ce type de farine inconnue à ce jour.

Exemple 9 : Application à la soupe aux champignons.

Une formulation de soupe aux champignons est rapportée dans le tableau 11 ci-dessous.

Tableau 11

Farine BFW-HT	6%
Eau	77,18%
Champignons coupés en lamelles	10%
Crème fraîche épaisse	2,5%
Concentré de champignons	2,25%
Crème en poudre	1%
Caséinates de sodium	1%
Epices	0,05%
Poivre blanc moulu	0,02%

Les ingrédients secs sont mélangés avec l'eau et le concentré de champignons est ajouté. Le mélange est chauffé à 85°C. La crème fraîche et les champignons en lamelles sont rajoutés. Les soupes sont mises en pot et pasteurisée 1 heure à 120°C.

Après une semaine, conservés à température ambiante, les pots sont ouverts et les soupes examinées. Elles présentent une texture fluide non rétrogradée, homogène, lisse et sans synérèse, et après l'avoir

réchauffée leur goût et leur saveur sont comparables à ceux d'une soupe fraîchement préparée.

A titre de comparaison, en remplaçant la farine BFW-HT par :

5                   - de la farine de blé traditionnelle, et après une semaine de conservation dans les mêmes conditions, la soupe se présente sous forme de gel solide, qui ne s'écoule pas des pots, cette perte de fluidité étant due à la rétrogradation de l'amylose.

10                   - de l'amidon modifié, et après une semaine de conservation dans les mêmes conditions, la soupe présente une texture fluide, homogène et lisse, mais a un arrière goût déplaisant, indésirable après l'avoir réchauffée.

15                   Exemple 10 : Applications aux gâteaux.

Une formulation de gâteau est rapportée dans le tableau 12 ci-dessous.

Tableau 12

	Témoin	Gâteau de l'invention
Farine de blé normale	175 g	De 155 à 174
Farine BFW-HT	-	Complément pour 175 g de farine au total, soit 20 à 1 g
Sucre	120 g	120 g
Oeufs	80 g	80 g
Lait	60 g	60 g
Beurre	100 g	100 g

Le beurre et le sucre sont passés au mixeur afin d'obtenir une crème à laquelle on rajoute les œufs. Le mélange est battu avant d'y rajouter la farine et le lait. On verse 400 g de la pâte obtenue dans un moule à gâteau de 20cm de diamètre, enfournée à 180°C pendant 25 minutes.

L'utilisation de farine BFW-HT permet de gagner 1 à 3 points d'hydratation.

Après cuisson, et en refroidissant, le gâteau garde sa forme, ne retombe pas et présente un moelleux plus important qui se conserve dans le temps.

A titre comparatif, une pâte préparée et cuite dans les mêmes conditions avec de la farine de blé traditionnelle donne un gâteau qui s'affaisse après la cuisson et qui ne conserve pas sa forme, devient sec et perd son moelleux avec le temps.

REVENDICATIONS

1) Une farine ou un amidon de blé full waxy caractérisé en ce qu'il présente une teneur en amylose de l'ordre de  $0\% \pm 1\%$ .

2) Utilisation d'une farine ou d'un amidon selon la revendication 1 pour la fabrication de produits laitiers, de produits de biscuiterie, de sauces, de plats cuisinés, d'aliments pour animaux.

3) Utilisation d'une farine ou d'un amidon selon la revendication 1 comme substrat d'hydrolyse ou comme substrat de fermentation.

4) Utilisation d'une farine ou d'un amidon selon la revendication 1 pour la fabrication de produits non alimentaires comme des produits cosmétiques, des colles ou les peintures.

5) Un produit alimentaire comme un produit de biscuiterie, de charcuterie, un aliment pour animaux, une sauce et plat cuisiné, un produit laitier, contenant une farine ou un amidon selon la revendication 1.

6) Milieu de culture de micro-organismes contenant de l'amidon et/ou de la farine selon la revendication 1.

7) Procédé de préparation d'une farine de blé full waxy fonctionnelle comprenant la préparation, à partir de grains de blé full waxy, d'une farine de départ de granulométrie définie, caractérisé en ce que l'on soumet ladite farine à un traitement hydrothermique consistant en l'apport d'eau ou de vapeur et d'énergie thermique pour obtenir un degré de gélatinisation de l'amidon compris entre 15 et 99% et de préférence entre 20 et 80% en un temps très court, de l'ordre de 5 minutes.

8) Une farine susceptible d'être obtenue par un procédé selon la revendication 7.

9) Procédé de préparation d'un amidon de blé full waxy amélioré, caractérisé en ce que l'on soumet l'amidon extrait de grains de blé full waxy à un traitement hydrothermique consistant en l'apport d'eau ou de vapeur et d'énergie thermique pour obtenir un degré de gélatinisation de l'amidon compris entre 15 et 99%.

10) Un amidon susceptible d'être obtenu par un procédé selon la revendication 9.

11) Utilisation d'une farine selon la revendication 8 et/ou d'un amidon selon la revendication 10 pour la fabrication de produits alimentaires et/ou de produits non alimentaires.

12) Utilisation d'une farine selon la revendication 8 et/ou d'un amidon selon la revendication 10

pour la fabrication de snacks et autres produits extrudés,  
de produits alimentaires de biscuiterie, de panification et  
de viennoiserie, de charcuterie, d'aliments pour animaux,  
de sauces et plats cuisinés, de produits laitiers, de  
5 batters, ou de produits non alimentaires tels que les  
colles, les peintures, les produits cosmétiques.

13) Utilisation d'une farine selon la  
revendication 8 et/ou d'un amidon selon la revendication 10  
10 comme substrat d'hydrolyse ou comme substrat de  
fermentation.

14) Produits alimentaires tels que snacks et  
autres produits extrudés, produits alimentaires de  
biscuiterie, de panification, de viennoiserie, de  
15 charcuterie, d'aliments pour animaux, de sauces et plats  
cuisinés, de produits laitiers, de batters, contenant une  
farine selon la revendication 8 et/ou un amidon selon la  
revendication 10.

20 15) Milieu de culture de micro-organismes  
contenant une farine selon la revendication 8 et/ou un  
amidon selon la revendication 10.

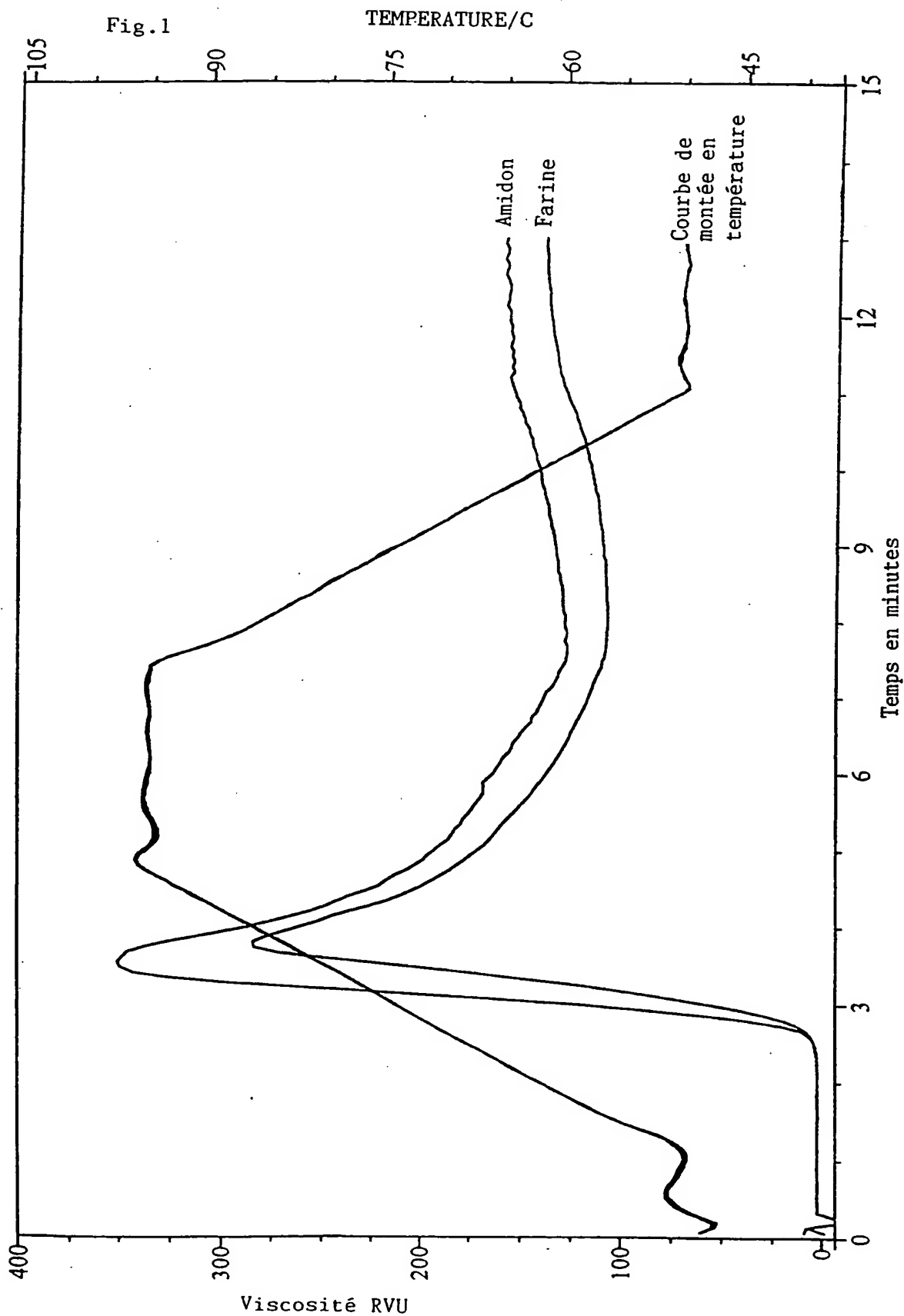


Fig.2

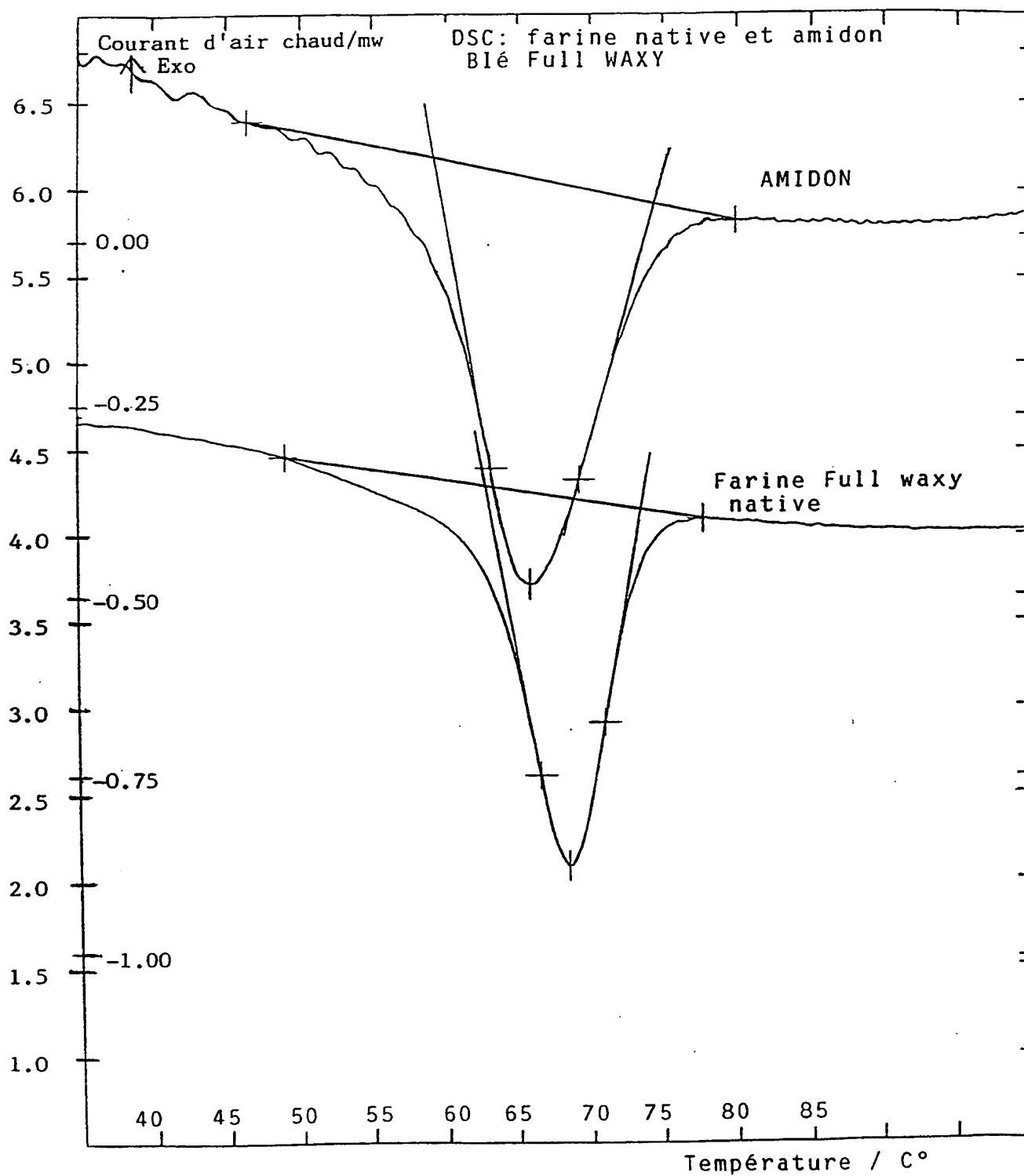


Fig.3

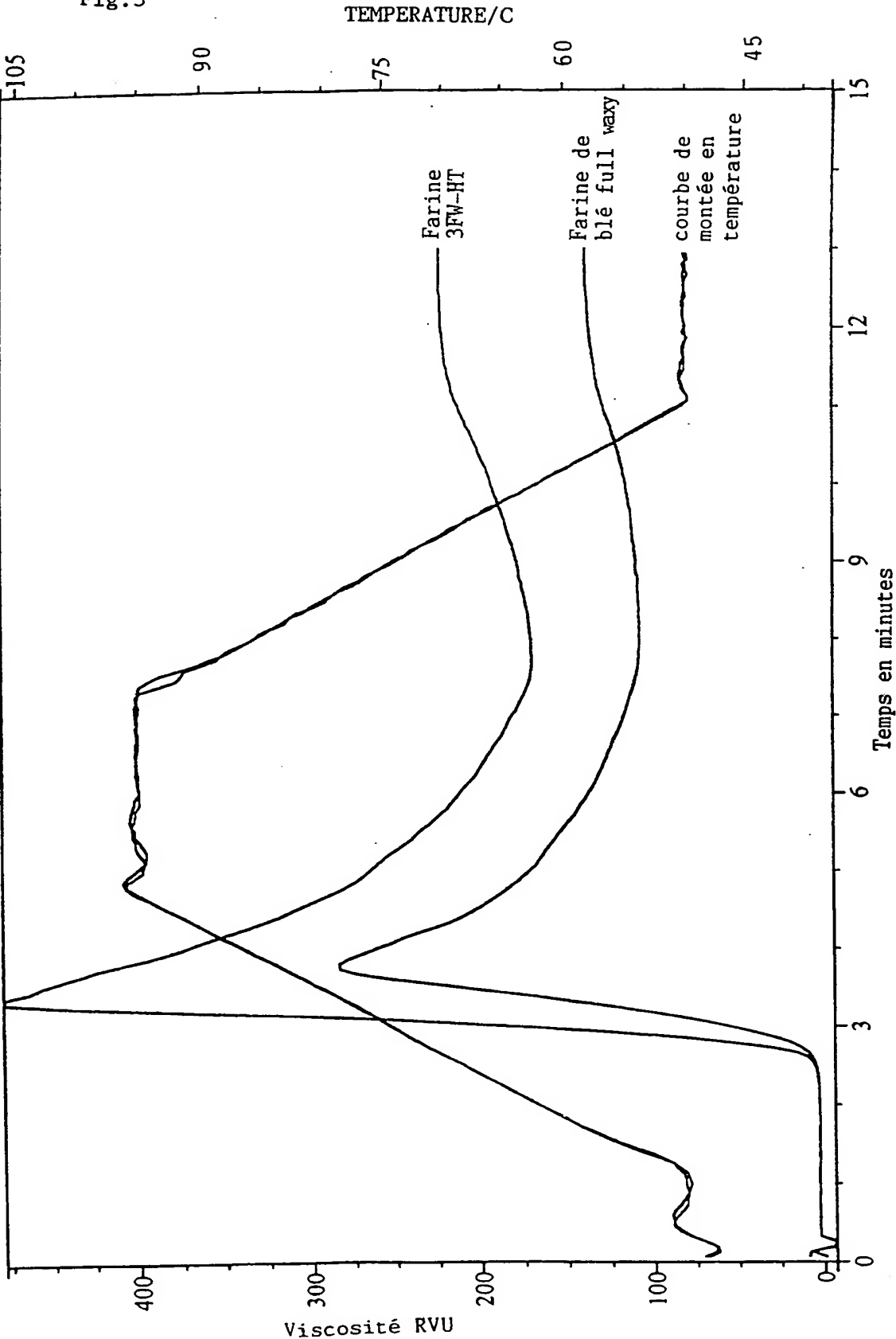


Fig.4

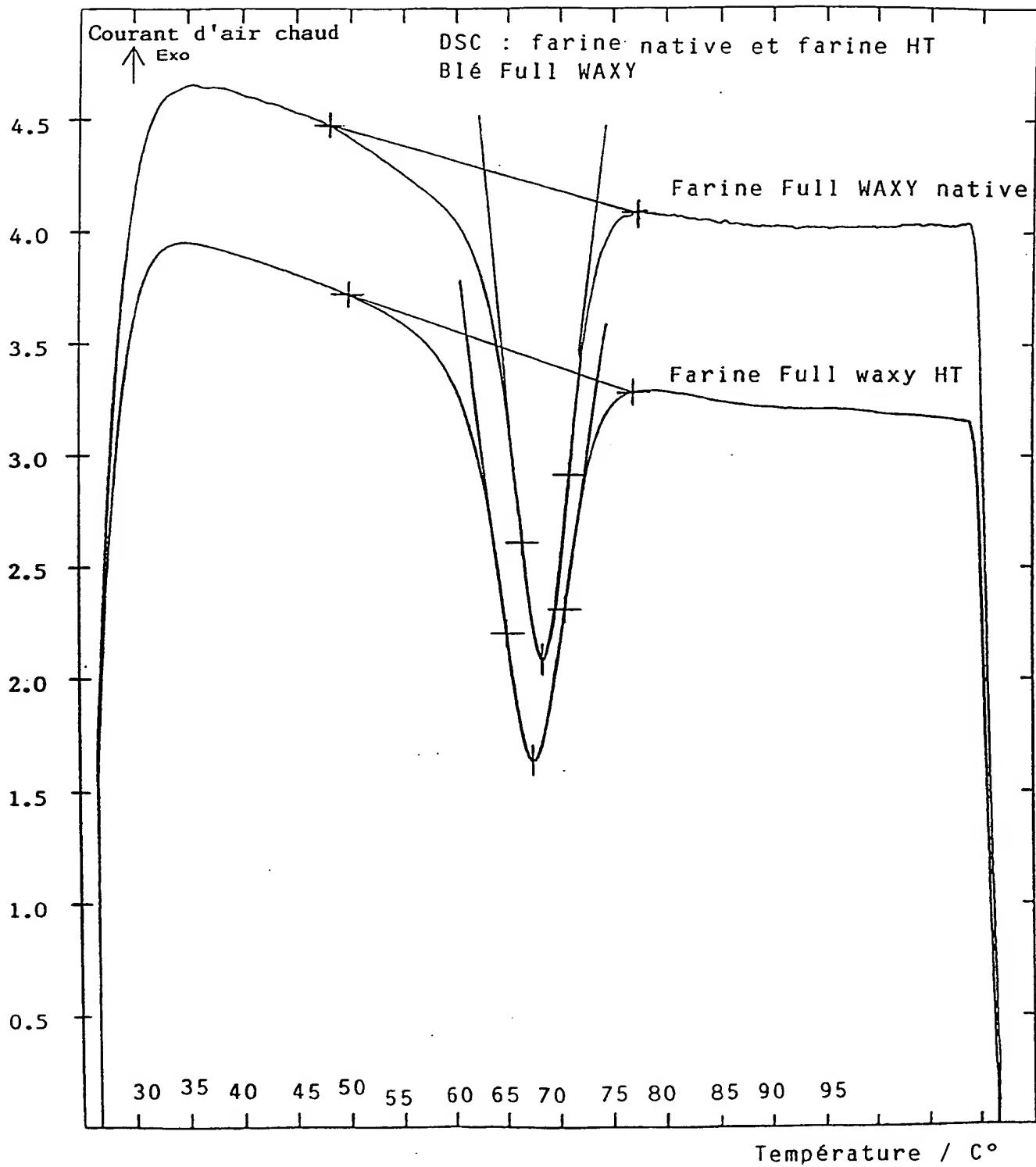


Fig.5

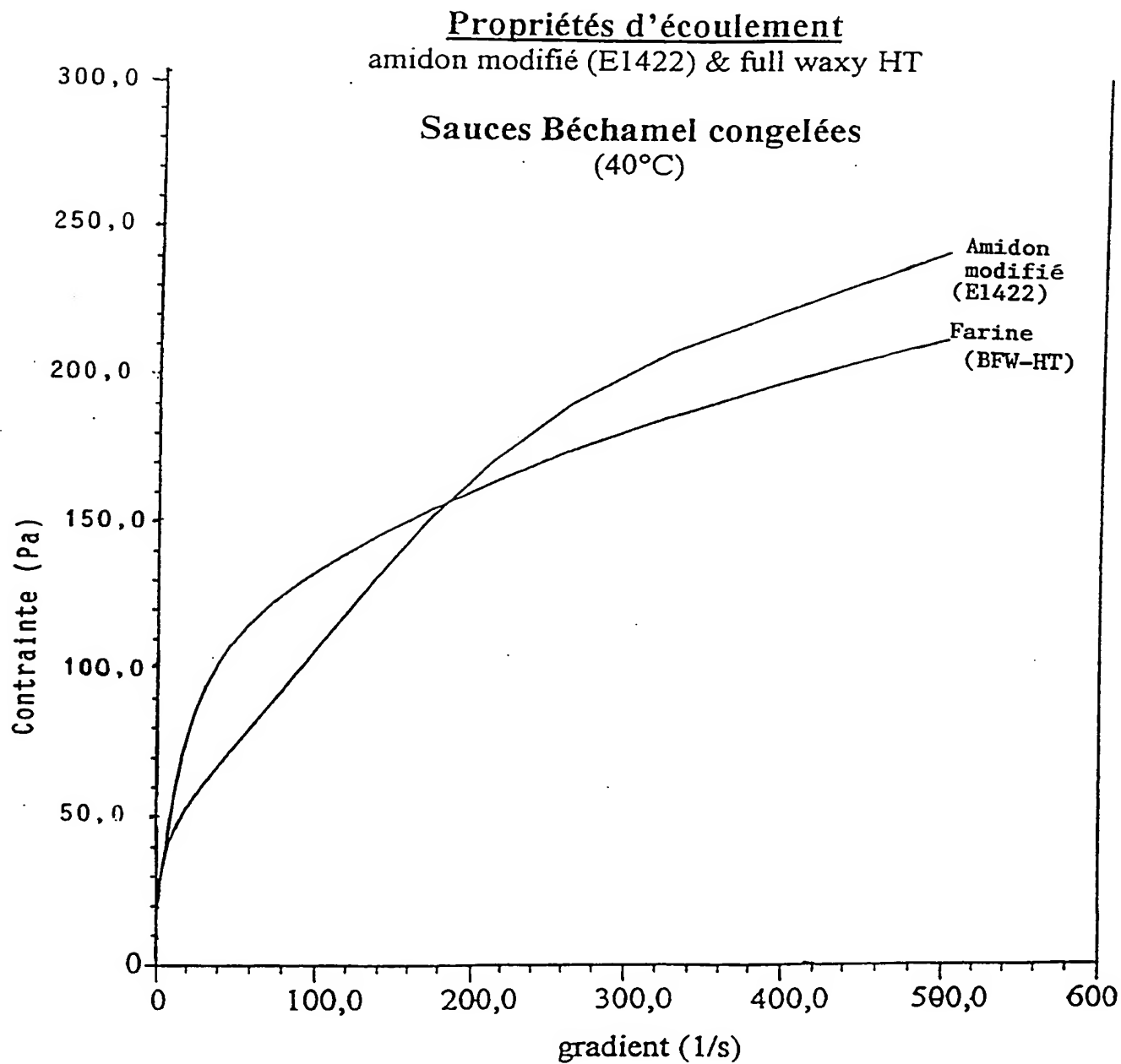
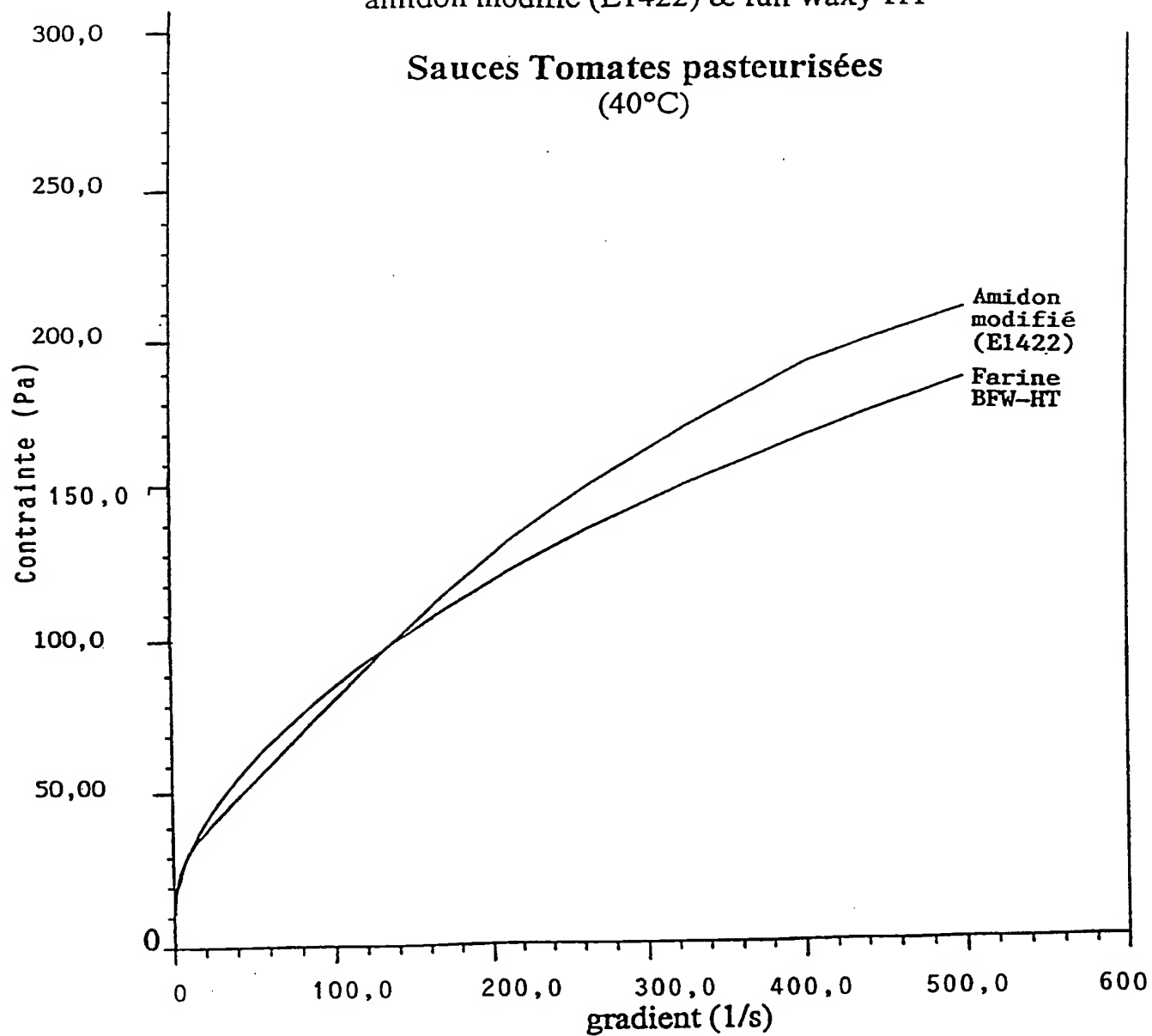


Fig.6

Propriétés d'écoulement  
amidon modifié (E1422) & full waxy HT

**Sauces Tomates pasteurisées**  
(40°C)



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/FR 00/00808

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C08B30/20 A21D13/06 A23L1/10 C09D103/12 C09J103/12

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C08B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, PAJ, CHEM ABS Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>DATABASE WPI Week 199737 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 1997-394031 XP002125704 "Flour blend containing waxy wheat flour - prevents deterioration of texture of breads, cakes and noodles after prolonged storage" &amp; AU 10099 97 A (JAPAN MIN NAT FOOD AGRIC FORESTRY &amp; FISH ET AL.), 24 July 1997 (1997-07-24) abstract</p> <p style="text-align: center;">--- -/--</p>	1,2,5



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

30 June 2000

Date of mailing of the international search report

18/07/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Mazet, J-F

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 00/00808

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	TAKESHI YASUI ET AL.: "Amylose and lipid contents, amylopectin structure, and gelatinisation properties of waxy wheat ( <i>triticum aestivum</i> ) starch" JOURNAL OF CEREAL SCIENCE, vol. 24, 1996, pages 131-137, XP002125703 abstract ---	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1997, no. 02, 28 February 1997 (1997-02-28) & JP 08 266253 A (NISSHIN FLOUR MILLING CO LTD), 15 October 1996 (1996-10-15) abstract ---	1,2,5, 11,12,14
A	EP 0 319 692 A (H.B. FULLER COMPANY) 14 June 1989 (1989-06-14) claim 7 ---	1,4,11, 12
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 005, no. 031 (C-045), 25 February 1981 (1981-02-25) & JP 55 157595 A (AJINOMOTO CO INC), 8 December 1980 (1980-12-08) abstract ---	1,6,15
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no. 06, 31 March 1999 (1999-03-31) & JP 09 187234 A (NATL STARCH & CHEM INVESTMENT HOLDING CORP), 22 July 1997 (1997-07-22) abstract ---	1,3,13
A	WO 96 03891 A (NATIONAL STARCH AND CHEMICAL INVESTMENT HOLDING CORPORATION) 15 February 1996 (1996-02-15) abstract; claims -----	7-10

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

International Application No

PCT/FR 00/00808

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
AU 1009997 A	24-07-1997	JP 9191818 A	29-07-1997
		JP 9191842 A	29-07-1997
		JP 9191819 A	29-07-1997
		AU 703050 B	11-03-1999
		CA 2194944 A	19-07-1997
		US 6042867 A	28-03-2000
JP 08266253 A	15-10-1996	US 5786009 A	28-07-1998
EP 319692 A	14-06-1989	US 4804414 A	14-02-1989
		AT 98288 T	15-12-1993
		AU 2655288 A	08-06-1989
		CA 1327427 A	08-03-1994
		DE 3886180 D	20-01-1994
		DE 3886180 T	14-07-1994
		ES 2047532 T	01-03-1994
		JP 2000683 A	05-01-1990
		US 4964939 A	23-10-1990
JP 55157595 A	08-12-1980	JP 1455090 C	25-08-1988
		JP 63003872 B	26-01-1988
JP 09187234 A	22-07-1997	US 5643627 A	01-07-1997
		AU 7403596 A	03-07-1997
		CA 2192220 A	30-06-1997
		EP 0784935 A	23-07-1997
WO 9603891 A	15-02-1996	AU 1682795 A	04-03-1996
		AU 1682895 A	04-03-1996
		AU 1728695 A	04-03-1996
		AU 696688 B	17-09-1998
		AU 3234095 A	04-03-1996
		AU 7552494 A	28-02-1995
		BR 9506290 A	12-08-1997
		CA 2172962 A	15-02-1996
		CA 2173122 A	15-02-1996
		EP 0721471 A	17-07-1996
		EP 0735827 A	09-10-1996
		JP 9503549 T	08-04-1997
		WO 9604315 A	15-02-1996
		WO 9604316 A	15-02-1996
		WO 9603892 A	15-02-1996
		US 5932017 A	03-08-1999
		US 5725676 A	10-03-1998
		US 5718770 A	17-02-1998

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dema Internationale No  
PCT/FR 00/00808

## A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

CIB 7 C08B30/20 A21D13/06 A23L1/10 C09D103/12 C09J103/12

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C08B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

WPI Data, PAJ, CHEM ABS Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	<p>DATABASE WPI Week 199737 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 1997-394031 XP002125704 "Flour blend containing waxy wheat flour - prevents deterioration of texture of breads, cakes and noodles after prolonged storage" &amp; AU 10099 97 A (JAPAN MIN NAT FOOD AGRIC FORESTRY &amp; FISH ET AL.), 24 juillet 1997 (1997-07-24) abrégé</p> <p style="text-align: center;">--- -/--</p>	1, 2, 5



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

### \* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

30 juin 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

18/07/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Mazet, J-F

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demr Internationale No  
PCT/FR 00/00808

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	TAKESHI YASUI ET AL.: "Amylose and lipid contents, amylopectin structure, and gelatinisation properties of waxy wheat (triticum aestivum) starch" JOURNAL OF CEREAL SCIENCE, vol. 24, 1996, pages 131-137, XP002125703 abrégé	1
A	----- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1997, no. 02, 28 février 1997 (1997-02-28) & JP 08 266253 A (NISSHIN FLOUR MILLING CO LTD), 15 octobre 1996 (1996-10-15) abrégé	1,2,5, 11,12,14
A	----- EP 0 319 692 A (H.B. FULLER COMPANY) 14 juin 1989 (1989-06-14) revendication 7	1,4,11, 12
A	----- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 005, no. 031 (C-045), 25 février 1981 (1981-02-25) & JP 55 157595 A (AJINOMOTO CO INC), 8 décembre 1980 (1980-12-08) abrégé	1,6,15
A	----- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no. 06, 31 mars 1999 (1999-03-31) & JP 09 187234 A (NATL STARCH & CHEM INVESTMENT HOLDING CORP), 22 juillet 1997 (1997-07-22) abrégé	1,3,13
A	----- WO 96 03891 A (NATIONAL STARCH AND CHEMICAL INVESTMENT HOLDING CORPORATION) 15 février 1996 (1996-02-15) abrégé; revendications -----	7-10

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dema Internationale No

PCT/FR 00/00808

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
AU 1009997	A	24-07-1997	JP 9191818 A	29-07-1997
			JP 9191842 A	29-07-1997
			JP 9191819 A	29-07-1997
			AU 703050 B	11-03-1999
			CA 2194944 A	19-07-1997
			US 6042867 A	28-03-2000
JP 08266253	A	15-10-1996	US 5786009 A	28-07-1998
EP 319692	A	14-06-1989	US 4804414 A	14-02-1989
			AT 98288 T	15-12-1993
			AU 2655288 A	08-06-1989
			CA 1327427 A	08-03-1994
			DE 3886180 D	20-01-1994
			DE 3886180 T	14-07-1994
			ES 2047532 T	01-03-1994
			JP 2000683 A	05-01-1990
			US 4964939 A	23-10-1990
JP 55157595	A	08-12-1980	JP 1455090 C	25-08-1988
			JP 63003872 B	26-01-1988
JP 09187234	A	22-07-1997	US 5643627 A	01-07-1997
			AU 7403596 A	03-07-1997
			CA 2192220 A	30-06-1997
			EP 0784935 A	23-07-1997
WO 9603891	A	15-02-1996	AU 1682795 A	04-03-1996
			AU 1682895 A	04-03-1996
			AU 1728695 A	04-03-1996
			AU 696688 B	17-09-1998
			AU 3234095 A	04-03-1996
			AU 7552494 A	28-02-1995
			BR 9506290 A	12-08-1997
			CA 2172962 A	15-02-1996
			CA 2173122 A	15-02-1996
			EP 0721471 A	17-07-1996
			EP 0735827 A	09-10-1996
			JP 9503549 T	08-04-1997
			WO 9604315 A	15-02-1996
			WO 9604316 A	15-02-1996
			WO 9603892 A	15-02-1996
			US 5932017 A	03-08-1999
			US 5725676 A	10-03-1998
			US 5718770 A	17-02-1998

THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK (USPTO)